

⑫

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 21.07.99.

③⑦ Priorité : 11.08.98 JP 23958498.

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 31.03.00 Bulletin 00/13.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Ce dernier n'a pas été
établi à la date de publication de la demande.*

⑥⑦ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : HOKKAIDO GOVERNMENT — JP et
IHARA & COMPANY LTD — JP.

⑦② Inventeur(s) : SHIMIZU JOHSUKE, SHIMIZU
HIDEKI, NAGASHIMA KOJI, YAMADA KUNISHIGE et
TAKAMATSU MINORI.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : CABINET MALEMONT.

⑤④ COLLAGÈNE DE POISSON ET SON PROCÉDÉ D'EXTRACTION ET DE PRODUCTION.

⑤⑦ L'invention concerne un procédé d'extraction et de
production de collagène à partir de poisson, comprenant les
étapes qui consistent à prévoir une peau brute de poisson;
à ajouter un sel à la peau brute de poisson, puis à la laisser
dans un milieu froid pour la dégraisser et la désodoriser; à
éliminer de la peau brute de poisson le sel et des substan-
ces ou fractions ne contenant pas de collagène, afin de re-
cueillir une fraction dessalée de la peau brute de poisson; à
extraire de la fraction dessalée une fraction contenant du
collagène; et à filtrer la fraction contenant du collagène afin
d'en éliminer des substances résiduelles sans collagène,
comprenant des graisses, des huiles et des substances
odorantes et colorantes, pour ainsi obtenir un collagène pu-
rifié.



Collagène de poisson et son procédé d'extraction et de production

La présente invention concerne, d'une manière
5 générale, un collagène obtenu à partir de poisson et un
procédé de production de ce collagène de poisson. Elle
concerne en particulier un collagène pouvant être
obtenu à partir de la peau de poisson et son procédé
d'extraction et de production.

10 De grandes quantités de déchets de poissons,
généralement jugés inutiles ou inexploitable, sont
mises au rebut. Ceci constitue l'un des principaux
problèmes auxquels la société moderne devrait
15 s'attaquer pour trouver différentes manières d'utiliser
dans de nombreux domaines d'application ces résidus de
poissons apparemment inutilisables. La peau des
poissons, en particulier la peau des saumons et des
truites, est un exemple de déchet type.

La peau des saumons et des truites contient du
20 collagène comme constituant principal. Jusqu'à une
période récente, ce collagène était considéré comme une
partie inutile du poisson et personne n'avait jamais
envisagé la possibilité d'adapter le collagène de peau
de poisson à différentes utilisations et applications.
25 Dans le passé, des quantités considérables de peaux de
saumons et de truites ont été gaspillées et jetées en
pure perte.

Compte tenu du fait que du collagène est obtenu à
partir de mammifères et est très répandu comme
30 substance comestible, des recherches sont actuellement
effectuées sur le collagène de poisson et en
particulier sur les peaux de saumons et de truites dont
la majeure partie des tissus est constituée
principalement par un collagène. Ainsi, au cours de ces
35 dernières années, il a été proposé des procédés

d'extraction et de production de collagène à partir de peaux de poissons, comprenant les peaux de saumons et de truites.

5 Toutefois, le collagène de peau de poisson présente des caractéristiques différentes de celles du collagène de mammifères et nécessite des étapes d'extraction relativement fastidieuses comprenant une désodorisation, une décoloration et un dégraissage de la peau. De plus, un degré de purification satisfaisant
10 du collagène extrait est difficile à obtenir. Ces problèmes sont encore à résoudre pour assurer la comestibilité du collagène.

 Jusqu'à maintenant, l'extraction et la production de collagène de peau de poisson comportait
15 l'utilisation d'un solvant organique, tel que l'éthanol, pour éliminer de la peau du poisson des substances et des fractions autres que le collagène, comprenant des protéines, des graisses et des huiles. Ce procédé laisse dans la peau de poisson avant
20 l'extraction du collagène des substances, en particulier des graisses et des huiles, en quantités plus ou moins importantes. L'éthanol sert à éliminer de la peau les graisses résiduelles ou les substances ou fractions ne contenant pas de collagène. Dans ce but,
25 en effet, la peau de poisson est placée dans une solution d'éthanol et lavée par agitation.

 Cependant, ce procédé conventionnel ne s'avère pas satisfaisant en ce sens qu'après l'élimination par l'éthanol des substances ou fractions ne contenant pas
30 de collagène, il exige beaucoup de soins pour non seulement faire en sorte d'éliminer l'éthanol de la peau par lavage dans l'eau afin d'éviter un effet chimique de celui-ci sur la peau, mais également pour traiter ensuite l'eau résiduaire afin de pouvoir
35 évacuer une eau résiduaire purifiée. D'autre part, ce

procédé a pour inconvénient d'exiger un système de distillation très onéreux pour récupérer l'éthanol utilisé au cours de ce processus d'élimination des graisses et des substances ne contenant pas de collagène. Les coûts de production du collagène de peau de poisson sont par conséquent extrêmement élevés.

Compte tenu des inconvénients indiqués ci-dessus, la présente invention a précisément pour but principal de proposer un procédé plus simple et économique d'extraction et de production de collagène à partir de peau de poisson, ainsi que du collagène de poisson très purifié obtenu grâce à ce procédé.

Pour atteindre ce but et selon un premier aspect de la présente invention, il est proposé un procédé d'extraction et de production de collagène à partir de poisson, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes qui consistent à:

prévoir une peau brute de poisson;

ajouter un sel à ladite peau brute de poisson, puis laisser la peau brute de poisson mélangée au sel dans un milieu froid pour dégraisser et désodoriser celle-ci;

éliminer le sel de la peau brute de poisson soumise à l'étape d'addition de sel, ainsi que des substances ou des fractions ne contenant pas de collagène, afin de recueillir une fraction dessalée de la peau brute de poisson;

extraire de ladite fraction dessalée de la peau brute de poisson une fraction contenant du collagène; et

filtrer ladite fraction contenant du collagène afin d'éliminer de celle-ci des substances résiduelles ne contenant pas de collagène, comprenant des graisses, des huiles, des substances odorantes et des substances colorantes, pour ainsi obtenir un collagène purifié.

Par conséquent, les substances et les fractions ne contenant pas de collagène sont éliminées efficacement et facilement de la peau du poisson à l'aide d'un sel bon marché pour recueillir une fraction contenant du collagène, puis cette fraction contenant du collagène est filtrée pour obtenir un collagène très purifié (à l'état fluide) adapté pour des éléments entrant dans la composition de produits alimentaires et pour différentes applications industrielles comprenant des produits médicaux et cosmétiques, et comme agent émulsionnant pour films photographiques.

De préférence, le sel utilisé dans la présente invention est l'un au moins des éléments du groupe constitué par NaCl, KCl et Na_2SO_4 .

Conformément à une caractéristique particulière de la présente invention, la peau brute de poisson est préalablement lavée, après quoi l'étape d'addition de sel consiste à ajouter le sel à la peau brute de poisson en une quantité égale à celle de cette dernière ou en une quantité représentant 0,2 à 3 fois celle de cette dernière, puis à laisser la peau brute de poisson ainsi mélangée au sel dans un milieu froid à une température inférieure à la température ambiante.

De préférence, l'étape d'élimination du sel comprend l'étape qui consiste à soumettre à un moyen de filtration ladite peau brute de poisson mélangée au sel et à laver la peau brute de poisson dans un courant d'eau pour en éliminer le sel ainsi que les substances ou fractions ne contenant pas de collagène, pour ainsi recueillir dans le moyen de filtration la fraction dessalée de la peau brute de poisson.

De préférence également, l'étape d'extraction du collagène comprend l'immersion et l'incubation de la peau brute de poisson dans une eau distillée chaude à

une température de 70 à 90°C, pour ainsi en extraire la fraction contenant du collagène.

Conformément à une autre caractéristique de l'invention, étant donné que la fraction contenant du collagène extraite au cours de l'étape d'extraction de collagène est une solution de collagène non purifié qui contient encore des impuretés, l'étape de filtration peut consister à ajouter 1% P/V de carbone activé par rapport à la quantité de la solution de collagène non purifié à cette dernière, puis à agiter les deux éléments pendant une période de temps prédéterminée, et à soumettre, après cette période de temps prédéterminée, le mélange fluide de carbone activé et de solution de collagène non purifié à une filtration par aspiration à l'aide d'une pulpe de filtration, de célite et de kieselguhr pendant une heure, pour ainsi éliminer par filtration des impuretés de la solution de collagène non purifié afin d'obtenir un collagène fluide purifié. Le collagène de poisson ainsi obtenu est un collagène fluide très purifié, adapté pour les produits alimentaires et les applications industrielles.

Selon un autre aspect encore de la présente invention, le procédé décrit ci-dessus comprend, en outre, une étape de séchage pour sécher et solidifier le collagène purifié obtenu au cours de l'étape de filtration, afin d'obtenir un collagène solidifié. Le collagène solidifié peut être broyé en poudres fines. Les poudres de collagène sont elles aussi adaptées aux produits alimentaires et aux utilisations industrielles. Au cours de cette étape, de préférence, de l'air chaud à une température de 70°C peut être appliqué au collagène purifié pendant 12 heures pour permettre d'obtenir au moins une barre de collagène solidifié.

Ce qui précède, ainsi que d'autres caractéristiques et avantages de la présente invention, ressortira plus clairement de la description détaillée suivante d'un mode de réalisation préféré de celle-ci et plus particulièrement d'un exemple de collagène de peau de poisson et du procédé d'extraction et de production de celui-ci.

Dans ce mode de réalisation, une peau brute de saumon est, à titre d'exemple, utilisée comme matière première pour produire du collagène. Cet exemple n'est évidemment pas limitatif et des peaux brutes d'autres poissons comprenant la truite, le lieu noir, le requin, le maquereau d'Atka et le flétan peuvent être utilisées à la place de la peau brute de saumon.

En résumé, conformément à ce mode de réalisation de l'invention, du collagène de poisson est extrait et produit par élimination de substances ou de fractions ne contenant pas de collagène d'une peau brute de poisson grâce aux étapes génériques suivantes: une étape d'addition de sel pour ajouter un sel (par exemple NaCl, KCl ou similaire) à la peau brute de poisson pour permettre d'éliminer de celle-ci les substances ou fractions ne contenant pas de collagène (qui comprennent des graisses et des fractions de tissu autres qu'une fraction contenant du collagène), tout en dégraissant et en désodorisant la peau sous l'effet du sel; une étape de dessalage pour éliminer de la peau le sel et les substances ou fractions ne contenant pas de collagène (liées au sel), afin de réaliser l'élimination des graisses et la désodorisation; une étape d'extraction de collagène pour extraire un collagène (gélatineux ou fluide) de la peau ainsi traitée; une étape de filtration pour filtrer et purifier le collagène extrait afin d'obtenir un

collagène purifié; et une étape de séchage pour sécher et solidifier le collagène purifié.

En premier lieu, la description suivante va porter sur l'étape d'addition de sel.

5 Au cours de cette étape, une peau de saumon détachée du corps d'un saumon par pelage est soigneusement lavée à l'eau (eau de ville) pour en éliminer les écailles ainsi que des graisses et des fragments de chair. La peau lavée est ensuite découpée
10 en petits morceaux. De préférence, la peau est découpée en carrés de 5 cm de côté ou en morceaux de dimensions suffisamment faibles pour faciliter le processus de salage décrit ci-après.

Les petits morceaux de peau de saumon correctement
15 découpés doivent être débarrassés par égouttage de leur eau résiduelle pour être prêts à être mélangés avec un sel. Dans ce mode de réalisation, NaCl est employé à titre d'exemple des sels pouvant être utilisés dans le cadre de la présente invention. Une quantité de NaCl
20 égale à la quantité totale des morceaux de peau de saumon peut être ajoutée à celle-ci afin de recouvrir tous les morceaux de peau d'une manière uniforme.

A cet égard, il est préférable d'ajouter à la peau découpée en morceaux une quantité de NaCl représentant
25 0,2 à 3 fois la quantité totale de peau afin de promouvoir l'élimination des substances ou fractions de celle-ci ne contenant pas de collagène. Il est toutefois important que la quantité de NaCl par rapport à celle des morceaux de peau soit maintenue dans cette
30 proportion de mélange. En effet, des expériences montrent qu'une trop faible proportion de mélange de NaCl inférieure à la valeur de 0,2 se traduit par une diminution de l'efficacité de l'élimination des substances ne contenant pas de collagène des peaux de
35 poissons et qu'en revanche une proportion de mélange

excessive de NaCl supérieure à la valeur de 3 élimine également le collagène des peaux de poissons.

Les morceaux de peau de saumon ainsi mélangés avec NaCl sont conservés pendant environ une semaine au
5 froid à la température de 4°C. Cette température de conservation n'est pas limitée à 4°C mais peut être fixée à une valeur appropriée inférieure à la température ambiante ou du local. D'après les expériences réalisées par les inventeurs, le fait de
10 laisser les morceaux de peau salés dans un milieu froid à une température inférieure à la température du local pendant environ une semaine accroît l'efficacité du mélange de NaCl avec les morceaux de peau de saumon ainsi que le taux d'élimination des substances ne
15 contenant pas de collagène de ceux-ci. Ces conditions s'avèrent également favorables à l'action efficace de désodorisation et de graissage de NaCl sur les peaux de poissons.

Au cours de cette étape, il est possible d'utiliser
20 à la place de NaCl d'autres sels comprenant par exemple le chlorure de potassium (KCl), le sulfate de sodium (Na_2SO_4) ou des mélanges de ceux-ci, dans la mesure où ils contribuent efficacement à extraire le collagène de la peau de poisson. Il convient de noter que les sels,
25 y compris NaCl, ont, ce qui constitue le point essentiel de la présente invention, pour propriété d'établir une liaison chimique de réagir avec les substances ou fractions ne contenant pas de collagène de la peau de poisson, et non pas avec le collagène,
30 moyennant quoi seules les substances ou fractions ne contenant pas de collagène sont rendues aptes à se décomposer pour faciliter leur séparation d'une fraction contenant du collagène. Par conséquent, l'addition de sel(s) à la peau de poisson constitue une

caractéristique inventive importante pour permettre une extraction facile et bon marché du collagène.

Il convient également de noter le fait que NaCl utilisé ici constitue, entre autres, l'un des sels existants les moins onéreux pour éliminer les substances ou fractions ne contenant pas de collagène de la peau de poisson, ce qui réduit considérablement les coûts et les charges liés à la production de collagène.

10 Au bout d'une semaine environ de macération dans le sel, les morceaux de peau de saumon salés sont soumis à un dessalage au cours d'une étape de dessalage qui va maintenant être décrite. Au cours de cette étape, les morceaux de peau salés sont enfermés étroitement dans
15 un tissu filtrant. Puis, les morceaux de peau salés enfermés dans le tissu filtrant sont exposés à un courant d'eau et rincés soigneusement pendant environ 30 minutes à 1 heure, pour ainsi obliger la majeure partie des substances ou des fractions ne contenant pas
20 de collagène à se décomposer en particules et à s'échapper à travers les mailles fines du tissu, tandis que les fractions contenant du collagène des morceaux de peau sont retenues par les mailles sans pouvoir passer à travers celles-ci. On comprendra que ce
25 rinçage dans un courant d'eau permet d'éliminer facilement et presque complètement des morceaux de peau le NaCl soluble dans l'eau, en même temps qu'une quantité importante de substances ou de fractions ne contenant pas de collagène. Grâce à cette filtration
30 par rinçage, les fractions dessalées des morceaux de peau, contenant du collagène, restent dans le tissu. A la place du tissu filtrant, il est possible d'utiliser à cet effet un morceau de gaze ou tout autre moyen de filtration approprié à mailles fines.

Le temps nécessaire pour éliminer par rinçage le sel et les fractions ne contenant pas de collagène au cours de cette étape n'est pas limité à la durée mentionnée ci-dessus, mais dépend des circonstances et des conditions dans lesquelles un opérateur peut juger que l'élimination de ces éléments des morceaux de peau est terminée et qu'il est temps de cesser le rinçage dans le courant d'eau. Autrement dit, la durée est fonction du moment où l'opérateur peut déterminer visuellement que les fractions des morceaux de peau, aptes à se décomposer après l'étape d'addition de sel sont éliminées des morceaux de peau qui restent dans le tissu filtrant.

On se rend compte que la série précédente d'étapes de salage et de dessalage assure aussi bien le dégraissage et la désodorisation des morceaux de peau de saumon que l'élimination à partir de ceux-ci des substances ou fractions ne contenant pas de collagène.

Les morceaux de peau de saumon ainsi traités (c'est-à-dire les fractions dessalées de ceux-ci) sont ensuite soumis à l'étape d'extraction de collagène. Au cours de cette étape, les morceaux de peau sont tout d'abord essuyés pour être débarrassés de leur eau résiduelle. Ils sont ensuite immergés dans une eau distillée chauffée à 80°C et y sont soumis à une incubation pendant deux heures à la même température de 80°C. Au bout de deux heures, on observe que du collagène gélatineux (c'est-à-dire du collagène dénaturé thermiquement) est séparé par élution des morceaux de peau immergés dans l'eau chauffée. On notera que la température de 80°C de l'eau distillée chaude est une température optimale pour une bonne gélification et une résistance de gel satisfaisante du collagène extrait dans celle-ci. La température de l'eau distillée n'est pas limitée à cette valeur mais

peut être fixée dans la plage de 70 à 90°C. A cet égard, toutefois, un réglage de la température en dehors de cette plage, c'est-à-dire au-dessous de 70°C ou au-dessus de 90°C, aura un effet préjudiciable sur la gélification et la résistance de gel du collagène (collagène dénaturé thermiquement), avec pour conséquences une forte probabilité d'une dénaturation insuffisante et d'une dégradation de celui-ci et une limitation de son utilisation tant dans le domaine alimentaire qu'industriel par exemple pour des éléments entrant dans la composition de produits alimentaires, pour des produits médicaux et cosmétiques, et comme agent émulsionnant pour films photographiques. Conformément à la présente invention, l'utilisation d'une eau distillée chaude constitue l'un des facteurs efficaces pour l'obtention d'un degré de pureté élevé du collagène.

Le collagène gélatineux extrait au cours de cette étape (collagène dénaturé thermiquement) contient encore des impuretés importantes, telles que des écailles et des résidus de substances ne contenant pas de collagène, telles que des graisses et des fragments de chair. Un tissu filtrant est ensuite utilisé pour éliminer par filtrage les grosses impuretés du collagène gélatineux.

A ce stade de l'extraction, il est souhaitable que la quantité d'eau distillée représente dix (10) fois celle des morceaux de peau traités par les étapes de salage et de dessalage mentionnées précédemment. Cette proportion est jugée optimale pour provoquer l'élution du collagène des morceaux de peau dans l'eau chaude et sa dénaturation convenable sous une forme gélatineuse dotée d'une résistance de gel adaptée à des applications industrielles et alimentaires.

L'étape suivante consiste en une filtration finale et en une purification du collagène gélatineux ainsi extrait (collagène dénaturé thermiquement) à un degré de purification supérieur en vue d'une utilisation pratique dans les domaines alimentaire et industriel. Au cours de cette étape de filtration, il est prévu fondamentalement deux phases de filtration dont l'une consiste en une filtration par agitation en présence de carbone activé et l'autre en une filtration par aspiration.

La filtration par agitation en présence de carbone activé est décrite ci-après.

Le collagène gélatineux extrait au cours de l'étape précédente se présente à l'état liquide ou sous la forme d'une solution brute contenant le collagène dénaturé thermiquement ainsi que des impuretés. Cette solution de collagène non purifié est soumise à une filtration par agitation en présence d'un carbone activé. Plus précisément, 1% P/V de carbone activé par rapport à la quantité de la solution de collagène non purifié est ajouté à celle-ci. Puis, le mélange de ce carbone activé et de cette solution de collagène non purifié est agité par un agitateur pendant une heure, pour ainsi absorber les impuretés de la solution. Le mélange est encore à l'état de liquide ou de fluide.

Ce mélange fluide de carbone activé et de solution de collagène est ensuite soumis à la filtration par aspiration. Au cours de cette étape, les matières filtrantes utilisées comprennent une pulpe de filtration, de la célite et du kieselguhr. Plus précisément, la célite et le kieselguhr sont mélangés à la pulpe dans de l'eau pour former une substance filtrante. Puis, le mélange fluide ci-dessus (carbone activé et solution de collagène) est aspiré et filtré à travers cette substance filtrante par un moyen

d'aspiration (n'importe quel filtre aspirateur approprié) de manière à éliminer par filtration de la solution de collagène la majeure partie des impuretés. De préférence, cette opération peut être réalisée une ou deux fois. Grâce à la filtration par aspiration, la majorité des substances ne contenant pas de collagène sont éliminées du collagène extrait, ce qui permet d'obtenir un collagène très purifié qui est incolore (blanc) et inodore. Ainsi, cette étape élimine finalement les graisses, les huiles, les odeurs et les substances colorantes résiduelles de substances autres que le collagène pour assurer le dégraissage, la désodorisation et la décoloration du collagène extrait. Il est à noter que ce collagène très purifié (fluide) est adapté pour servir non seulement d'élément entrant dans la composition de produits alimentaires mais également pour différentes applications industrielles, comme par exemple des produits médicaux (agent hémostatique par exemple) et des produits cosmétiques, et comme agent émulsionnant pour films photographiques.

Puis, le collagène purifié est soumis à un séchage destiné à produire une forme solidifiée de collagène. Dans le présent mode de réalisation, un séchage par soufflage d'air chaud est utilisé à titre d'exemple. Naturellement, ce mode de séchage n'est pas limitatif et d'autres méthodes de séchage peuvent être utilisées dans la mesure où elles satisfont aux conditions indiquées ci-dessous.

Un mode de séchage recommandable est un mode dans lequel de l'air chaud à une température de 70°C est envoyé par une soufflerie d'air chaud sur le collagène purifié, pendant 12 heures, pour ainsi obtenir au moins une barre de collagène solidifié dont la teneur en eau ne dépasse pas 2%.

Finalement, la ou les barres de collagène sont réduites en poudres fines par un broyeur pour permettre d'obtenir des poudres de collagène faciles à utiliser dans les domaines commercial et industriel.

5 Conformément à la présente invention, les poudres de collagène obtenues ont les caractéristiques suivantes comparées à celles de poudres de collagène obtenues par le procédé conventionnel utilisant l'éthanol.

10 Note: Les données indiquées ci-dessous sont celles obtenues pour 1 kg de peau de saumon.

	Procédé traditionnel	Présente invention
Quantité de collagène gélatineux récupérée (pourcentage)	206,1 g (20,61%)	213,0 g (21,30%)
Taux de perméabilité	81,2%	80,7%
Point de fusion	15,7°C	13,2°C
Résistance du gel	282,6 g	266,3 g
Teneur en graisses	0,297%	0,309%
Teneur en cendres	0,458%	0,905%
Teneur en eau	9,3%	8,4%
Teneur en protéines	97,8%	95,6%
Goût et saveur (test organoleptique)	bons	excellents
Mauvaise odeur (test organoleptique)	faible	aucune

15 Il ressort du tableau ci-dessus que les poudres de collagène produites conformément au procédé de la

présente invention ont un excellent goût et une
excellente saveur et sont exemptes de mauvaise odeur,
et que le procédé de l'invention permet de récupérer
une plus grande quantité de collagène gélatineux que le
5 procédé conventionnel qui repose sur l'utilisation
d'éthanol. Ainsi, les poudres de collagène sont fiables
et largement utilisables dans différents produits
alimentaires. En outre, aussi bien le collagène fluide
purifié par l'étape de filtration par aspiration que
10 les poudres de collagène finalement obtenues ont un
degré de pureté suffisamment élevé pour différentes
utilisations industrielles, comme par exemple pour des
produits médicaux et cosmétiques, et comme agent
émulsionnant pour films photographiques. A cet égard,
15 le collagène peut être utilisé pour la préparation
d'une peau artificielle destinée à remplacer une peau
de bovin atteint de la maladie de la vache folle.

Conformément à la présente invention, par
conséquent, la peau de poisson est utilisée comme
20 matière première pour produire du collagène et
n'importe quels types de poissons autres que le saumon,
comme par exemple la truite, le lieu noir, le requin,
le maquereau d'Atka et le flétan, peuvent être utilisés
à cet effet. Etant donné que la peau brute de poisson
25 est tout d'abord mélangée avec un sel (l'un au moins du
groupe comprenant par exemple NaCl, KCl et Na_2SO_4) et
laissée au froid, aucun solvant chimique, tel que
l'éthanol, n'est nécessaire comme dans l'art antérieur,
et il est également possible d'utiliser directement les
30 peaux de poissons salées pour la production de
collagène. A cet égard, le mélange de sel avec la peau
de poisson en une quantité représentant 0,2 à 3 fois
celle de cette dernière, comme cela a été décrit
précédemment, permet d'éliminer simplement le sel par
35 rinçage sans avoir à récupérer le sel utilisé,

contrairement au procédé conventionnel qui nécessite inévitablement la récupération de l'éthanol. Ceci élimine par conséquent la nécessité d'utiliser un solvant chimique cher et des installations onéreuses pour évacuer et traiter l'eau résiduaire, ce qui est très favorable à la production du collagène d'un point de vue économique. En outre, les peaux de poissons salées peuvent être stockées pendant une longue période et transportées vers n'importe quelle destination, tout en conservant leur fraîcheur. Le sel en soi est une matière bon marché efficace pour dégraisser et désodoriser les peaux brutes de poissons car il a tendance à se lier chimiquement avec la majorité des substances et fractions ne contenant pas de collagène des peaux de poissons. Ceci facilite également la séparation de la fraction contenant du collagène des substances et fractions ne contenant pas de collagène au cours de l'étape de dessalage suivante.

D'autre part, l'obtention de collagène purifié, qu'il soit fluide ou séché, repose sur la série d'étapes comprenant l'étape d'extraction au cours de laquelle les peaux de poissons sont immergées dans une eau distillée chaude et l'étape de filtration décrites précédemment, d'où une simplification du processus d'extraction de collagène proprement dit.

Bien que la description précédente ait porté sur un mode de réalisation préféré de la présente invention, celle-ci n'est bien entendu pas limitée à l'exemple particulier décrit et illustré ici, et l'homme de l'art comprendra aisément qu'il est possible d'y apporter de nombreuses variantes et modifications sans pour autant sortir du cadre de l'invention.

REVENDICATIONS

1. Procédé d'extraction et de production de collagène à partir de poisson, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes qui consistent à:

5 prévoir une peau brute de poisson;

ajouter un sel à ladite peau brute de poisson, puis laisser la peau brute de poisson mélangée au sel dans un milieu froid pour dégraisser et désodoriser celle-ci;

10 éliminer le sel de la peau brute de poisson soumise à ladite étape d'addition de sel, ainsi que des substances ou des fractions ne contenant pas de collagène, afin de recueillir une fraction dessalée de la peau brute de poisson;

15 extraire de ladite fraction dessalée de la peau brute de poisson une fraction contenant du collagène; et

filtrer ladite fraction contenant du collagène afin d'en éliminer des substances résiduelles ne contenant pas de collagène, comprenant des graisses, des huiles, des substances odorantes et des substances colorantes, pour ainsi obtenir un collagène purifié.

20 2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ledit collagène purifié se présente à l'état de liquide ou de fluide.

3. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que le poisson est choisi dans le groupe constitué par le saumon, la truite, le lieu noir, le requin, le maquereau d'Atka et le flétan.

30 4. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ledit sel est l'un au moins des éléments du groupe constitué par NaCl, KCl et Na₂SO₄.

5. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que, préalablement à ladite étape d'addition de sel, il comprend les étapes qui consistent à laver la

35

peau brute de poisson, puis à la découper en de multiples petits morceaux, et en ce que lesdits multiples petits morceaux de peau brute de poisson sont soumis à l'ensemble desdites étapes d'addition de sel, d'élimination de sel, d'extraction de collagène et de filtration.

6. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite peau brute de poisson est lavée, après quoi ladite étape d'addition de sel consiste à ajouter le sel à la peau brute de poisson en une quantité égale à celle de cette dernière, puis à laisser la peau brute de poisson ainsi mélangée au sel dans un milieu froid à une température inférieure à la température ambiante.

7. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite peau brute de poisson est lavée, après quoi ladite étape d'addition de sel consiste à ajouter le sel à la peau brute de poisson en une quantité représentant 0,2 à 3 fois celle de cette dernière, puis à laisser la peau brute de poisson ainsi mélangée au sel dans un milieu froid à une température inférieure à la température ambiante.

8. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite étape d'élimination de sel comprend l'étape qui consiste à soumettre à un moyen de filtration ladite peau brute de poisson mélangée au sel et à rincer la peau brute de poisson dans un courant d'eau pour en éliminer le sel ainsi que lesdites substances ou fractions ne contenant pas de collagène, pour ainsi recueillir dans ledit moyen de filtration ladite fraction dessalée de la peau brute de poisson.

9. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite étape d'extraction de collagène comprend l'immersion et l'incubation de la peau brute de poisson dans une eau chaude à une température située

dans la plage de 70 à 90°C, pour ainsi en extraire ladite fraction contenant du collagène.

10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que ladite eau chaude est une eau distillée
5 chaude chauffée à une température de 80°C, et en ce que l'incubation de la peau brute de poisson est réalisée dans ladite eau distillée chaude pendant deux heures.

11. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que ladite fraction contenant du collagène
10 extraite au cours de ladite étape d'extraction de collagène est une solution de collagène non purifié qui contient encore des impuretés, et en ce que ladite étape de filtration consiste à ajouter 1% P/V de carbone activé par rapport à la quantité de ladite
15 solution de collagène non purifié à cette dernière, puis à agiter ledit carbone activé et ladite solution de collagène non purifié pendant une période de temps prédéterminée, pour obtenir ensuite un mélange fluide du carbone activé et de la solution de collagène non
20 purifié, et à soumettre ledit mélange fluide à une filtration par aspiration à l'aide d'une pulpe de filtration, de célite et de kieselguhr pendant une heure, pour ainsi éliminer par filtration des impuretés de la solution de collagène non purifié afin d'obtenir
25 un collagène fluide purifié.

12. Procédé d'extraction et de production de collagène à partir de poisson, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes qui consistent à:

prévoir une peau brute de poisson;

30 ajouter un sel à ladite peau brute de poisson, puis laisser la peau brute de poisson mélangée au sel dans un milieu froid pour dégraisser et désodoriser celle-ci;

éliminer le sel de la peau brute de poisson soumise
35 à ladite étape d'addition de sel, ainsi que des

substances ou des fractions ne contenant pas de collagène, afin de recueillir une fraction dessalée de la peau brute de poisson;

extraire de ladite fraction dessalée de la peau brute de poisson une fraction contenant du collagène; et

filtrer ladite fraction contenant du collagène afin d'en éliminer des substances résiduelles ne contenant pas de collagène, comprenant des graisses, des huiles, des substances odorantes et des substances colorantes, pour ainsi obtenir un collagène purifié; et

sécher et solidifier ledit collagène purifié.

13. Procédé selon la revendication 12, caractérisé en ce que ladite étape de séchage comprend l'application d'air chaud à une température de 70°C audit collagène purifié pendant 12 heures, afin d'obtenir au moins une barre de collagène solidifié.

14. Procédé selon la revendication 13, caractérisé en ce que ladite barre de collagène est broyée pour être transformée en poudres.

15. Collagène de poisson extrait et produit conformément au procédé de l'une quelconque des revendications précédentes.

Fish collagen manufacturing method for foodstuff industry**Number publication:** FR2783836**Publication dates:** 2000-03-31**Inventor:** SHIMIZU JOHSUKE; SHIMIZU HIDEKI; NAGASHIMA KOJI; YAMADA KUNISHIGE; TAKAMATSU MINORI**Applicant:** HOKKAIDO GOVERNMENT (JP)**Classification:****- International:** A23J3/04; A23J1/00; A23J1/04; A23J1/10; A61K8/65; A61K8/72; A61K8/96; A61K8/98; C07K14/78; C08L89/06; A23J3/00; A23J1/00; A61K8/30; A61K8/72; A61K8/96; C07K14/435; C08L89/00; (IPC1-7): C09H1/04**- european:** A23J1/00B2; A23J1/04; A23J1/10; C07K14/78; C08L89/06**Number application:** FR19990009457 19990721**Priority number (S):** FR19990009457 19990721; DE19991034120 19990721; JP19980239584 19980811**Also published have:**

JP2000050811 (A)

DE19934120 (A1)

Carryforward A dated error young stag**Abstract of FR2783836**

Salt is mixed to fish skin which is then stored in cold storage. The salt is removed and collagen is extracted from it. Conceited people and oils are removed from the collagen extract which is decolorized, filtered, deodorized and then dried.

Supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide dated

Fish collagen manufacturing method for foodstuff industry

Description of FR2783836

Fish collagen and its process of extraction and production

present invention concerns, generally, a collagen obtained starting from fish and a process of production of this fish collagen. It relates to in particular a collagen which can be obtained starting from the fish skin and its process

of extraction and production.

Great quantities of fish scrap, generally considered to be useless or not exploitable, are put at the reject. This constitutes one of the principal problems to which the modern society should be attacked to find various manners of using in many applicability these apparently unusable fish residues. Skin of fish, in particular skin of salmons and of

trouts, is a standard example of waste.

The skin of salmons and trouts contains collagen like principal component. Up to one recent period, this collagen was regarded as an useless part of fish and nobody had never considered the possibility of adapting the collagen of skin

of fish with various uses and applications.

In the past, considerable quantities of salmon skins and trouts were wasted and thrown in

pure loss.

Taking into account the fact that collagen is obtained starting from mammals and is very widespread like edible substance, of research are currently carried out on the fish collagen and in particular on the trout and salmon skins of which the major part of fabrics is made up mainly by a collagen. Thus, during these last years, it was proposed processes of extraction and production of collagen starting from fish skins, including/understanding the salmon skins and

trouts.

However, the collagen of fish skin present of the characteristics different from those of the collagen of mammals and requires relatively tiresome stages of extraction including/understanding a deodorization, a discolouration and a degreasing of the skin. Moreover, one satisfying degree of purification of extracted collagen is difficult to obtain. These problems are still to solve to ensure

edibility of collagen.

Until now, the extraction and the production of collagen of fish skin involved the use of an organic solvent, such as ethanol, to eliminate from the skin of fish of the substances and the fractions other than collagen,

including/understanding proteins, greases and oils.

This process leaves in the fish skin before the extraction of the collagen of the substances, in particular of greases and oils, in more or less large quantities. The ethanol is used to eliminate from the skin residual greases or the substances or fractions not containing collagen. To this end, indeed, the fish skin is placed in one

ethanol solution and washed by agitation.

However, this conventional process does not prove satisfactory in the sense that after elimination by ethanol of the substances or fractions not containing collagen, it requires many care for not only making in

kind eliminate ethanol from the skin by washing in water in order to avoid a chemical effect of this one on the skin, but also to treat waste water then in order to be able to evacuate a purified waste water. In addition, this process has as a disadvantage of requiring a system of very expensive distillation to recover ethanol used during this process of elimination of greases and the substances not containing collagen. Production costs of the collagen of skin

of fish are consequently extremely high.

Taking into account the disadvantages indicated above, the purpose of the present invention is precisely principal to propose a simpler and economic process of extraction and production of collagen starting from fish skin, as well as fish collagen very

purified obtained thanks to this process.

To achieve this goal and according to a first aspect of this invention, it is proposed a process of extraction and production of collagen starting from fish, characterized in that it includes/understands the stages which consist with: to envisage a fish raw hide; to add a salt to the aforementioned fish raw hide, then to leave the fish raw hide mixed with salt in

a cold medium to degrease and deodorize that

Ci; to eliminate salt from the fish raw hide subjected at the stage of addition of salt, as well as substances or fractions not containing collagen, in order to collect a fraction freed of salt of the fish raw hide; to extract of the aforesaid the fraction freed of salt of the fish raw hide a fraction containing of collagen; and to filter the aforementioned fraction containing of collagen in order to eliminate from this one from the residual substances not containing collagen, including/understanding odorous greases, oils, substances and substances

colouring, for thus obtaining a purified collagen.

Consequently, the substances and the fractions not containing collagen are eliminated effectively and easily from the skin of fish using a cheap salt to collect a fraction containing of collagen, then this fraction containing of collagen is filtered to obtain a very purified collagen (at the fluid state) adapted for elements entering the composition of foodstuffs and for various industrial applications including/understanding of the medical and cosmetic products, and like agent

emulsifying for photographic films.

Preferably, the salt used in the present invention is one at least elements of the group

constituted by NaCl, KCl and Na_2SO_4 .

In accordance with a particular characteristic of this invention, the fish raw hide is beforehand washed, after which the stage of addition of salt consists in adding salt to the fish raw hide in a quantity equal to that of the latter or in a quantity accounting for 0,2 to 3 times that of the latter, then to leave the fish raw hide thus mixed with salt in a cold medium with one

temperature lower than the ambient temperature.

Preferably, the stage of elimination of salt includes/understands the stage which consists in subjecting to a means of filtration the aforementioned fish raw hide mixed with salt and washing the fish raw hide in a water current to eliminate from them salt as well as the substances or fractions not containing collagen, for thus collecting in the means of filtration the fraction

de-salted fish raw hide.

Preferably also, the stage of extraction of collagen includes/understands the immersion and the incubation of the fish raw hide in a hot water distilled at a temperature from 70 to 90 C, for thus extracting some

fraction containing of collagen.

In accordance with another characteristic of the invention, since the fraction containing of collagen extracted during the stage from collagen extraction is a collagen solution not purified which still contains impurities, the stage of filtration can consist in adding 1% P/V of carbon activated compared to the quantity of the solution of collagen not purified to the latter, then to agitate the two elements for one period of time predetermined, and to subject, after this period of time predetermined, the fluid mixture of activated carbon and collagen solution not purified with a filtration by aspiration using a pulp of filtration, cerite and kieselguhr during one hour, for thus eliminating by filtration of the impurities of the collagen solution not purified in order to obtain a purified fluid collagen. The fish collagen thus obtained is a very purified fluid collagen, adapted for the foodstuffs and the industrial applications. According to another aspect still of this invention, the process describes above includes/understands, moreover, a stage of drying to dry and solidify the purified collagen obtained during the stage of filtration, in order to obtain a solidified collagen.

solidified collagen can be crushed out of fine powders.

The collagen powders are they also adapted to the foodstuffs and the industrial uses. During this stage, preferably, hot air at a temperature of 70 C can be applied to the collagen purified during 12 hours to make it possible to obtain at least a collagen bar

solidified.

What precedes, as well as other characteristics and advantages of this invention, will arise more

clearly of the following detailed description of one

mode of realization preferred of this one and more particularly of an example of collagen of fish skin and process of extraction and production of this one. In this mode of realization, a salmon raw hide, as example, is used like raw material to produce collagen. This example is obviously not restrictive and of the raw hides of other fish including/understanding trout, the coalfish, the shark, mackerel of Atka and halibut can be used

in the place of the salmon raw hide.

In short, in accordance with this mode of realization of the invention, from the fish collagen is extracted and produced by elimination of substances or fractions not containing collagen of a fish raw hide thanks to the following generic stages: a stage of addition of salt to add a salt (for example NaCl, KCl or similar) to the fish raw hide to allow to eliminate from this one the substances or fractions not containing collagen (which include/understand greases and fractions of fabric other than a fraction containing of collagen), while degreasing and by deodorizing the skin under the effect of salt; a stage of desalting to eliminate from the skin salt and the substances or fractions not containing collagen (related to salt), in order to carry out the elimination of greases and deodorization; a stage of collagen extraction to extract a collagen (gelatinous or fluid) from the skin thus treated; a stage of filtration to filter and purify collagen extracted in order to obtain a purified collagen; and a stage of drying to dry

and to solidify purified collagen.

Initially, following description will carry

on the stage of addition of salt.

During this stage, a salmon skin detached from the body of a salmon by peeling is carefully washed with water (water of city) to eliminate from them the scales as well as greases and fragments from flesh. The washed skin is then cut out in small pieces. Preferably, the skin is cut out in squares of 5 cm on side or of pieces of dimensions sufficiently small to facilitate the process of

salting describes hereafter.

The small pieces of salmon skin correctly cut out must be disencumbered by draining of their free water to be ready to be mixed with a salt. In this mode of realization, NaCl is employed as example of salts which can be used within the framework of this invention. A quantity of NaCl equal to the total quantity of the pieces of salmon skin can be added to this one in order to cover

all pieces of skin in a uniform way.

In this respect, it is preferable to add to the cut out skin of pieces a quantity of NaCl accounting for 0,2 to 3 times the total quantity of skin in order to promote the elimination of the substances or fractions of this one not containing collagen. It is however important that the quantity of NaCl compared to that of the pieces of skin is maintained in this proportion of mixture. Indeed, of the experiments show that a too small proportion of mixture of NaCl lower than the value of 0,2 results in a reduction in the effectiveness of the elimination of the substances not containing collagen of the fish skins and that on the other hand a proportion of mixture excessive of NaCl higher than the value of 3 eliminates

also the collagen of the fish skins.

The pieces of salmon skin thus mixed with NaCl are preserved during approximately a cold week at the temperature of 4 C. This temperature of conservation are not limited at 4 C but can be fixed at a suitable value lower than the ambient temperature or room. According to the experiments carried out by the inventors, the fact of leaving the pieces of skin salted in a cold medium at a temperature lower than the temperature of the room during approximately a week increases the effectiveness of the mixture of NaCl with the pieces of salmon skin as well as the rate of elimination of the substances not containing collagen of those. These conditions prove also favorable to the effective action of NaCl deodorization and greasing on the fish skins. During this stage, it is possible to use in the NaCl place of other salts including/understanding for example potassium chloride (KCl), the sodium sulphate (Na_2SO_4) or of the mixtures of those, in measurement O they effectively contribute to extract collagen from the fish skin. It should be noted that salts, including NaCl, have, which constitutes the essential point of this invention, for property to establish a chemical bond to react with the substances or fractions not containing collagen of the fish skin, and not with collagen, realising what only the substances or fractions not containing collagen are made ready to break up to facilitate their separation of a fraction containing of collagen. Consequently, the addition of salt (S) to the fish skin constitutes an important inventive characteristic to allow one

easy and cheap extraction of collagen.

It is also advisable to note the fact that NaCl used here constitutes, inter alia, one of the cheapest salts existing to eliminate the substances or fractions not containing collagen from the fish skin, which reduces considerably the costs and the loads related to the production of collagen. At the end of one week approximately of maceration in salt, the pieces of salmon skin salted are subjected to a desalting during a stage of desalting which now will be described. During this stage, the salted pieces of skin are locked up narrowly in a filter fabric. Then, the salted pieces of skin locked up in filter fabric are exposed to a water current and are rinsed carefully during approximately minutes with 1 a.m., for thus obliging the major part of the substances or the fractions not containing collagen to be broken up into particles and to escape through the fine meshes from fabric, while the fractions containing of the collagen of the pieces of skin are retained by the meshes without being able to pass through those. It will be understood that this rinsing in a water current makes it possible to eliminate easily and almost completely from the pieces of skin water soluble NaCl, at the same time as a large quantity of substances or fractions not containing collagen. Thanks to this filtration by rinsing, the fractions freed of salt of the pieces of skin, container of collagen, remain in fabric. In the place of filter fabric, it is possible to to this end use a piece of gauze or any other means of

filtration appropriate to fine meshes.

Time necessary to eliminate by rinsing salt and the fractions not containing collagen during this stage is not limited to the duration mentioned above, but depends on the circumstances and the conditions under which an operator can judge that the elimination of these elements of the pieces of skin is finished and that it is time to cease the rinsing in the water current. In other words, the duration is a function of the moment O the operator can determine visually that the fractions of the pieces of skin, ready to break up after the stage of addition of salt are eliminated from the pieces of skin which remain in

filter fabric.

One realizes that the preceding series of stages of salting and desalting as well ensures the degreasing and the deodorization of the pieces of salmon skin that elimination from those of

substances or fractions not containing collagen.

The pieces of salmon skin thus treated (i.e. fractions freed of salt of those) are then subjected at the stage of collagen extraction. During this stage, the pieces of skin are first of all wiped to be removed from their free water. They are then immersed in a heated distilled water at 80 C and are subjected there to an incubation during two hours at the same temperature of C. At the end of two hours, one observes that gelatinous collagen (i.e. thermically denatured collagen) is separated by elution from the pieces of skin immersed in heated water. It will be noted that the temperature of 80 C of hot distilled water is an optimal temperature for a good gelation and a satisfactory resistance of freezing of collagen extracts in this one. The temperature of distilled water is not limited to this value but it can be fixed in the beach from 70 to 90 turnovers this regard, however, an adjustment of the temperature apart from this beach, i.e. below 70 C or above 90 C, will have an effect prejudicial on gelation and resistance of freezing of collagen (collagenous denatured thermically), with for consequences a strong probability of an insufficient denaturation and a degradation of this one and a limitation of its use as well in the food field as industrial for example for elements entering the composition of foodstuffs, for medical and cosmetic products, and like

emulsifying agent for photographic films.

In accordance with the present invention, the use of a hot distilled water constitutes one of the effective factors for obtaining a high degree of purity

collagen.

The gelatinous collagen extracted during this stage (collagenous denatured thermically) still contains important impurities, such as scales and residues of substances not containing collagen, such as greases and fragments of flesh. A filter fabric is then used to eliminate by filtering the large impurities from

gelatinous collagen.

This stage of the extraction, it is desirable that the quantity of distilled water represents ten (10) times that of the pieces of skin treated by the stages of salting and desalting mentioned previously. This proportion is considered to be optimal to cause the elution of the collagen of the pieces of skin in hot water and its suitable denaturation in a gelatinous form equipped with a resistance of freezing adapted to

industrial and food applications.

The following stage consists of a final filtration and a purification of the gelatinous collagen thus extracted (collagenous denatured thermically) with a higher degree of purification for a practical use in the fields food and industrial. During this stage of filtration, it is basically envisaged two phases of filtration of which one consists of a filtration by agitation in the presence of activated carbon and the other in a filtration by

aspiration.

Filtration by agitation in the presence of carbon

activated is described hereafter.

The gelatinous collagen extracted during the preceding stage is appeared in the liquid state or as a rough solution containing the collagen denatured thermically as well as impurities. This collagen solution not purified is subjected to a filtration by agitation in the presence of an activated carbon. More precisely, 1% P/V of carbon activated compared to the quantity of the collagen solution not purified are added to this one. Then, the mixture of this activated carbon and this collagen solution not purified is agitated by an agitator during one hour, for thus absorbing the impurities of the solution.

mixture is still with the state of liquid or fluid.

This fluid mixture of activated carbon and collagen solution is then subjected to filtration by aspiration. During this stage, the filter matters used include/understand a pulp of filtration, cerite and kieselguhr. More precisely, cerite and kieselguhr are mixed with pulp in water to form a filter substance. Then, the fluid mixture above (activated carbon and collagen solution) is aspired and filtered through this filter substance by a means of aspiration (any suitable suction filter) so as to eliminate by filtration from

collagen solution the major part of the impurities.

Preferably, this operation can be carried out one or twice. Thanks to filtration by aspiration, the majority of the substances not containing collagen are eliminated from extracted collagen, which makes it possible to obtain a very purified collagen which is colourless (white) and odourless. Thus, this stage eliminates finally greases, oils, the odors and the residual colouring substances of substances other than collagen to ensure degreasing,

deodorization and the discolouration of extracted collagen.

It should be noted that this very purified collagen (fluid) is adapted to be used not only as element using the composition of foodstuffs but also for various industrial applications, such as for example of the medical products (haemostatic agent for example) and of the cosmetic products,

and like emulsifying agent for photographic films.

Then, purified collagen is subjected to a drying

intended to produce the solidified collagen shape.

In this mode of realization, a drying by

hot puff blowing is used as example.

Naturally, this mode of drying is not restrictive and other methods of drying can be used in measurement O they satisfy the conditions

indicated below.

An advisable mode of drying is a mode in which hot air at a temperature of 70 C is sent by a blower of hot air on purified collagen, during 12 hours, for thus obtaining at least a solidified collagen bar of which water content

do not exceed 2%.

Finally, the collagen bars are reduced out of fine powders by a crusher to make it possible to obtain collagen powders easy to use

in the fields commercial and industrial.

In accordance with the present invention, the collagen powders obtained have the following characteristics compared with those of collagen powders obtained by the conventional process using ethanol. Note: The data indicated below are those

obtained for 1 kg of salmon skin.

Process Presents traditional Quantité invention of collagen 206,1 G 213,0 G gelatinous recovered (20, 61%) (21,30%) (percentage) Rate of melting permeability 81,2% 80,7% Point 15,7 C 13,2 C Resistance of freezing 282,6 G 266,3 G Content of greases 0,297% 0,309% Ash content 0,458% 0,905% Water content 9,3% 8,4% Content of proteins 97,8% 95,6% Taste and savour goods (organoleptic excellent test) Bad low smell no (organoleptic test) It arises from the table above that the collagen powders produced in accordance with the process of this invention have an excellent taste and an excellent savour and are free from bad smell, and that the process of the invention makes it possible to recover a greater quantity of gelatinous collagen than the conventional process which rests on the use of ethanol. Thus, the collagen powders are reliable and largely usable in various foodstuffs. Moreover, as well the fluid collagen purified by the stage of filtration per aspiration as the collagen powders finally obtained have a sufficiently high degree of purity for various industrial uses, such as for example for medical and cosmetic products, and like emulsifying agent for photographic films. In this respect, collagen can be used for the preparation of an artificial skin intended to replace a skin

of bovine reached disease of the insane cow.

In accordance with the present invention, consequently, the fish skin is used like raw material to produce collagen and any types of fish other than salmon, such as for example trout, the coalfish, the shark, the mackerel of Atka and the halibut, can be used to this end. Since the fish raw hide first of all is mixed with a salt (one at least of the group including/understanding for example NaCl, KCl and Na_2SO_4) and is left cold, no chemical solvent, such as ethanol, is necessary as in former art, and it is also possible to use directly the fish skins salted for the production of collagen. In this respect, the mixture of salt with the fish skin in a quantity accounting for 0,2 to 3 times that of the latter, like that was described previously, makes it possible to simply eliminate salt by rinsing without having to recover salt used, contrary to the conventional process which inevitably requires the recovery of ethanol. This eliminates consequently the need for expensive using a chemical solvent and expensive installations to evacuate and treat waste water, which is very favorable to the production of the collagen from an economic point of view. Moreover, the fish skins salted can be stored for a long period and be transported towards any destination, while preserving their freshness. Salt in oneself is an effective cheap matter to degrease and to deodorize the fish raw hides because it tends to bind chemically with the majority of the substances and fractions not containing collagen of the fish skins. This also facilitates the separation of the fraction containing of the collagen of the substances and fractions not containing collagen

during the following stage of desalting.

In addition, obtaining purified collagen, that it fluid or is dried, rests on the series of stages including/understanding the stage of extraction during which the fish skins are immersed in a hot distilled water and the stage of filtration described previously, of O a simplification of the process

of collagen extraction itself.

Although preceding description related to one

mode of realization preferred of this invention, this one is of course not limited to the example particular described and illustrated here, and the expert will understand easily that it is possible to bring many alternatives and modifications there without

to leave the framework of the invention.

Supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide dated

Fish collagen manufacturing method for foodstuff industry

Claims of **FR2783836**

CLAIMS

1. Proceeded of extraction and production of collagen starting from fish, characterized in that it includes/understands the stages which consist with: to envisage a fish raw hide; to add a salt to the aforementioned fish raw hide, then to leave the fish raw hide mixed with salt in

a cold medium to degrease and deodorize that

Ci; to eliminate salt from the fish raw hide subjected to the aforementioned stage of addition of salt, as well as substances or fractions not containing collagen, in order to collect a fraction freed of salt of the fish raw hide; to extract of the aforesaid the fraction freed of salt of the fish raw hide a fraction containing of collagen; and to filter the aforementioned fraction containing of collagen in order to eliminate some from the residual substances not containing collagen, including/understanding odorous greases, oils, substances and colouring substances,

for thus obtaining a purified collagen.

2. Proceeded according to claim 1, characterized in that the aforementioned purified collagen presents at the state

of liquid or fluid.

3. Proceeded according to claim 1, characterized in that the fish is selected in the group consisted salmon, the trout, the coalfish, it

shark, the mackerel of Atka and the halibut.

4. Proceeded according to claim 1, characterized in that the aforementioned salt is one at least elements of

group consisted NaCl, KCl and Na_2SO_4 .

5. Proceeded according to claim 1, characterized in that, before the aforementioned stage of addition of salt, it includes/understands the stages which consist in washing the fish raw hide, then to cut out it in multiples small pieces, and what the aforementioned multiples small pieces of fish raw hide are subjected to the unit of the aforesaid stages of addition of salt, of elimination of salt, extraction of collagen and filtration. 6. Proceeded according to claim 1, characterized in that the aforementioned fish raw hide is washed, after which the aforementioned stage of addition of salt consists in adding salt to the fish raw hide in a quantity equal to that of the latter, then to leave fish raw hide thus mixed with salt in a cold medium with

a temperature lower than the ambient temperature.

7. Proceeded according to claim 1, characterized in that the aforementioned fish raw hide is washed, after which the aforementioned stage of addition of salt consists in adding salt to the fish raw hide in a quantity accounting for 0,2 to 3 times that of the latter, then to leave fish raw hide thus mixed with salt in a cold medium at a temperature lower than

the ambient temperature.

8. Proceeded according to claim 1, characterized in that the aforementioned stage of salt elimination includes/understands the stage which consists in subjecting to a means of filtration the aforementioned fish raw hide mixed with salt and rinsing the fish raw hide in a water current to eliminate from them salt like the aforementioned substances or fractions not containing collagen, for thus collecting in the

aforementioned means of filtration

the aforementioned fraction freed of salt of the fish raw hide.

9. Proceeded according to claim 1, characterized in that the aforementioned stage of collagen extraction includes/understands the immersion and the incubation of the fish raw hide in a hot water at a temperature located

- T -

in the beach from 70 to 90 C, for thus extracting some

the aforementioned fraction containing of collagen.

10. Proceeded according to claim 9, characterized in that the aforementioned hot water is a hot distilled water heated at a temperature of 80 C, and in what the incubation of the fish raw hide is carried out

in the aforementioned hot water distilled during two hours.

11. Proceeded according to claim 1, characterized in that the aforementioned fraction containing of collagen extracted during the aforementioned stage from collagen extraction is a collagen solution not purified which still contains impurities, and in what the aforementioned stage of filtration consists in adding 1% P/V of carbon activated compared to the quantity of the aforesaid the solution of collagen not purified to the latter, then to agitate the aforementioned activated carbon and the aforementioned collagen solution not purified for one period of time predetermined, to then obtain a fluid mixture of activated carbon and collagen solution not purified, and to subject the aforementioned fluid mixture to a filtration by aspiration using a pulp of filtration, of cerite and of kieselguhr during one hour, for thus eliminating by filtration from the impurities from the solution from collagen not purified in order to obtain

a purified fluid collagen.

12. Proceeded of extraction and production of collagen starting from fish, characterized in that it includes/understands the stages which consist with: to envisage a fish raw hide; to add a salt to the aforementioned fish raw hide, then to leave the fish raw hide mixed with salt in

a cold medium to degrease and deodorize that

Ci; to eliminate salt from the fish raw hide subjected to the aforementioned stage of addition of salt, as well as substances or fractions not containing collagen, in order to - to collect a fraction freed of salt of the fish raw hide; to extract of the aforesaid the fraction freed of salt of the fish raw hide a fraction containing of collagen; and to filter the aforementioned fraction containing of collagen in order to eliminate some from the residual substances not containing collagen, including/understanding odorous greases, oils, substances and colouring substances, for thus obtaining a purified collagen; and

to dry and solidify the aforementioned purified collagen.

13. Proceeded according to claim 12, characterized in that the aforementioned stage of drying includes/understands the application of hot air to a temperature of 70 C to that the collagen purified during 12 hours, so

to obtain at least a solidified collagen bar.

14. Proceeded according to claim 13, characterized in that the aforementioned collagen bar is crushed for to be transformed into powders.

15. Fish collagen extracted and product in accordance with the process any from preceding claims.

Supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide dated